

ESTUDIO DE NUEVAS SOLUCIONES PARA LA INDUSTRIA DE LA FABRICACIÓN ADITIVA 2024 "GAMMA"

Informe Final de Resultados

Número de proyecto: 22400003 Expediente: IMAMCA/2024/2 Duración: 01/01/2024 - 31/12/2024 Coordinado en AIDIMME por: José Ramón Blasco Puchades







ÍNDICE

1	INTRODUCCIÓN. OBJETIVOS DEL PROYECTO1
2	DESARROLLO DEL PROYECTO. ACTIVIDADES REALIZADAS2
2.1 REU 2.2 LA T 2.3 MET	ESTUDIO DEL FENÓMENO DE FRAGILIZACIÓN DE POLVO DE COBRE AL SER SOMETIDO A CICLOS DE ITILIZACIÓN CON TECNOLOGÍAS DE FUSIÓN DE LECHO DE POLVO, TANTO LÁSER COMO HAZ DE ELECTRONES.2 EVOLUCIÓN DE LAS PRESTACIONES MECÁNICAS DEL POLVO DE POLIAMIDA CUANDO ES PROCESADA CON TECNOLOGÍA DE FUSIÓN DE LECHO DE POLVO MEDIANTE LUZ INFRARROJA (PBF-IRL/P)
3	RESULTADOS OBTENIDOS27
4	RESUMEN Y CONCLUSIONES
5	ANEXOS Y BIBLIOGRAFÍA29







1 Introducción. Objetivos del proyecto

Una de las grandes ventajas que tienen los sistemas de fabricación aditiva de lecho de polvo, ya sea metal o polímero, es la reutilización de la materia prima que hace más sostenibles estos procesos. Para la correcta reutilización del polvo es necesario conocer cómo afecta ese reúso a la calidad final de las piezas, así como los límites de reutilización a respetar.

GAMMA aborda tanto la materia prima como la parte de procesabilidad, usando técnicas de última generación (láser azul) para ampliar el abanico de materiales procesados: mientras que la fabricación aditiva está asentada en muchos sectores como es el caso del sector médico dada la elevada experiencia en el procesado de aleaciones de titanio, la capacidad de nuevas técnicas para procesar nuevos materiales en implica su uso en aplicaciones adicionales y por tanto alcanzar más sectores.

El proyecto persigue el aumento de la excelencia en la fabricación aditiva avanzada, para mejorar la calidad del producto, reducir las deficiencias tecnológicas, reforzando de forma significativa el desarrollo e implementación de la Fabricación Aditiva en la industria local, mediante la mejora en las aplicaciones, tecnologías, así como en el procesado y reutilización de materiales.

El proyecto se articula dentro de las sublíneas AM1 Nuevos materiales (aditivación, tratamientos térmicos másicos, tratamientos superficiales) y AM2 Nuevas tecnologías. En aras de aumentar la excelencia en los procesos de fabricación aditiva avanzada, mediante la mejora en las aplicaciones, tecnologías, así como en el procesado de materiales.

Los objetivos perseguidos se enumeran a continuación:

- Profundización del conocimiento sobre el envejecimiento de los materiales utilizados en las tecnologías de lecho de polvo, en lo referente a:
 - Fragilización de polvo de cobre al ser sometido a ciclos de reutilización con tecnologías de fusión de lecho de polvo, tanto láser como haz de electrones. (PBF-LB/M y PBF-EB/M)
 - Evolución de las prestaciones mecánicas del polvo de poliamida cuando es procesada con la tecnología de fusión de lecho de polvo mediante luz infrarroja (PBF-IrL/P).
- Estudio de estrategias de deposición de energía tecnología (DED-LB/M) de • aleaciones metálicas.

Se pretende que el desarrollo de este proyecto favorezca la industria de FA en materiales poliméricos y metálicos de la comunidad Valenciana cuyas actividades están clasificadas en el CNAE como 22.25, 22.26, 24.44, 25, 25.63, 25.9, 32.5 entre otras.





2 Desarrollo del proyecto. Actividades realizadas

El desarrollo del proyecto se ha centrado en tres grandes tareas, que se han ejecutado a lo largo del 2024, las cuales son:

2.1 Estudio del fenómeno de fragilización de polvo de cobre al ser sometido a ciclos de reutilización con tecnologías de fusión de lecho de polvo, tanto láser como haz de electrones.

El procesado de cobre mediante la tecnología PBF - EB/M ó LB/M somete el polvo de cada capa a un incremento de temperatura durante el progreso de la fabricación. A pesar de que este polvo se encuentra dentro de una atmósfera protegida, en el caso del PBF-LB/M o en un ambiente de alto vacío, PBF-EB/M se ha visto y demostrado que el material evoluciona y finalmente llega a convertirse en un material que genera piezas fragilizadas. Piezas que pierden la totalidad de la capacidad de deformación plástica que posee el material, en nuestro caso el cobre.

Nieh y Nix [1] indican que la fragilización del cobre se debe a una segregación del oxígeno en el borde de grano del material, por otro lado, Gruber et al [2] indican que el reúso del polvo conlleva a un incremento de oxígeno en éste que conlleva a un mayor grado de defectos.

Para evaluar el grado de deterioro del polvo para la FA, se ha realizado un estudio a lo largo de 60 fabricaciones en PBF-EB/M y 10 fabricaciones en PBF-LB/M. Donde a lo largo de este estudio se ha podido observar el grado de deterioro del material, como ha evolucionado el nivel de oxígeno en éste y además, se ha desarrollado una metodología para evaluar la sensibilidad a la fragilización del material antes que la falla sea patente y ponga en riesgo la integridad de las piezas. La figura 1, muestra una pieza que presenta un alto grado de fragilización, como se puede observar en esta, ha fracturado a lo largo de toda la pieza sin presentar signos de deformación plástica.







Ilustración 1. Pieza que presenta un alto grado de fragilización.

Como se advierte de esta figura 1, el fenómeno de fragilización es aspecto de vital importancia en el control de calidad de la Fabricación aditiva, primero por el riesgo que ese fenómeno conlleva y segundo porque es un fenómeno muy poco estudiado.

Esta tarea se ha subdividido en dos frentes:

- Evaluación del polvo como elemento principal en este fenómeno.
- Evaluación de los elementos fabricados como resultado del proceso.

Evaluación del polvo:

Pueden verse en las siguientes figuras polvo nuevo y polvo con diferentes reúsos, en la figura 2 se observa una microestructura sana y en la figura 6, se ve que el polvo presenta un alto grado de deterioro en los bordes de grano, tal como lo comenta Nie y Nix [1] la segregación hacia los bordes de grano son un fenómeno fragilizante, lo relevante en este caso es que tal como se observó en la figura 4 un polvo con 46 reúsos, a pesar de que se observa un ligero engrosamiento del grano, las piezas fabricadas con ese polvo siguen teniendo un elevado grado de ductilidad, por lo que habría que cuantificar la dimensión del engrosamiento del borde de grano, así como la densidad de granos con bordes engrosados.



Ilustración 2. Polvo nuevo a 1000X



Ilustración 3. Izq. Polvo con 32 reúsos 1000 X y Der. 46 reúsos a 1000X



Ilustración 4.1zq y Der. Polvo con 23 reúsos Fragilizado 1000X







Ilustración 5.Polvo con 46 reúsos 1000X y Der. Polvo con 58 reúsos 1000X

Se puede notar en la figura 6 como en ese particular, solo uno de los granos muestra signos de deterioro, mientras que los demás no presentan signos de daño.



Ilustración 6. Polvo con 23 reúsos Fragilizado

Adicionalmente, se detectó que el grado de fragilización, aunque está relacionado al nivel de oxígeno y al grado de reutilización, puede darse en polvo nuevo. En el año 2019 en búsqueda de proveedor de polvo alternativo se adquirió un lote el cual venía fragilizado, tal como se muestra en la figura 7, en esta figura se puede notar como la totalidad de los granos observados poseen los bordes engrosados, sin embargo, en la figura 8 se puede observar la microestructura de un polvo nuevo del proveedor habitual, que a lo largo de más de 10 años ha suministrado polvo adecuado, y en este caso la fabricación ha salido fragilizada.





llustración 7.Polvo nuevo fragilizado a 500X

Ilustración 8. Polvo nuevo fragilizado a 1000X

Queda patente que, el fenómeno de fragilización no solo este asociado al nivel de reutilización del polvo, sino a ciertas condiciones de este.



Ilustración 9. Polvo con 70 reúsos fragilizado 1000X

Ilustración 10. Polvo con 70 reúsos fragilizado 1000X

En el caso de la fabricación con 70 reúsos, se determinó la fragilización cuando ya se habían fabricado las piezas, la razón de este suceso se correspondió a la contaminación por el refresco con un lote nuevo que estaba fragilizado, este polvo se corresponde al mostrado en la figura 8.

Ante este nuevo episodio, se plantea una metodología de control al recibir un nuevo lote de polvo, para evaluar la conformidad de este lote y no poner en riesgo otros lotes por el empleo de este como material de refresco. Como una alternativa para evaluar el grado de oxidación o daño que tenga el polvo se plantea la posibilidad de medir el color del polvo, para ello se adquirió un medidor de color portátil para realizar las respectivas mediciones. La posibilidad que el color permita determinar el estado del polvo sería un procedimiento además de rápido y económico muy sencillo de realizar. Lo primero que se debe tener es un patrón que identifique el estado de material.





Con la finalidad de tener un patrón que permita identificar que rango de color se corresponde con material dañado y que espectro se corresponde con un material apto, se realiza un estudio donde se recopilan los diferentes valores del color.

El medidor de color proporciona los siguientes parámetros: RGB, CMYK, Lab y LRV que se corresponden a: RGB: Red, green y blue (rojo, verde y azul), los colores luz utilizados en monitores, pantallas de televisión, celulares y tabletas los colores se obtienen por una mezcla aditiva, Así, el color (0, 0, 0) representa la ausencia total de color, es decir, el negro. Por su parte, si hablamos de una imagen cuya profundidad de color es de 8 bits, el color (255, 255, 255) representa el blanco puro.

CMYK: Cyan, Magenta, Yellow y black (Cian, Magenta, Amarillo y Negro) los colores pigmento utilizados en material impreso, específicamente sobre papel, en este caso los colores se obtienen por una mezcla sustractiva, la ausencia de tintas es el color del papel (blanco), mientras que la adición de los colores Cian, Magenta y Amarillo debería dar Negro. Sin embargo, como como el negro que da no es excesivamente puro, sino más bien color café, este modo se complementa con la tinta negra.

El espacio de color L*a*b* fue modelado en base a una teoría de color oponente que establece que dos colores no pueden ser rojo y verde al mismo tiempo o amarillo y azul al mismo tiempo. Como se muestra a continuación, L*indica la luminosidad y a* y b* son las coordenadas cromáticas.

L*=luminosidad

a*= coordenadas rojo/verde (+a indica rojo, -a indica verde)

b* = coordenadas amarillo/azul (+b indica amarillo, -b indica azul)

LRV La reflectancia y transmitancia luminosa es la cantidad de luz reflejada o transmitida por un material, producto o superficie en la zona visible del espectro electromagnético, desde los 380nm hasta los 780nm. Ante la variedad de datos en los que se puede descomponer el color y con la finalidad de buscar un valor patrón, se realiza una serie de mediciones de diferentes lotes de polvo, en diferentes estados, usados buenos, fragilizados y descartados. En la figura 11 se resume la primera etapa de este estudio, en ella podemos descubrir que, a lo largo del abanico de estados de polvo, desde polvo nuevo a polvo fragilizado u oxidado se obtiene que:

La reflectancia (LRV) tiene una variación del 52%, el rojo (R) un 76,7% el verde (G) un 69,7%, la luminosidad (L) 74.6%, El Rojo-Verde (a) 57%, Amarillo-Azul (b) 48,7%, el magenta (M) un 65,1%, el amarillo (Y) 61,3% y el negro (K) un 60%.

Del análisis de las diferentes muestras de polvos se dilucida que los valores donde hay más dispersión es el rojo (R) y que valores de Rojo por encima de 180 y que además la suma de los tres RGB sea mayor a 370 tiene una probabilidad que el polvo este sano. Sin embargo, esta evaluación presenta sus excepciones tanto en favor como en contra.





Resumiendo, valores de R mayores a 180 y suma de los tres (RGB) mayor a 370 es casi seguro que el polvo sea adecuado, sin embargo, polvo con valores inferiores eventualmente puede ser bueno y, por otro lado, aunque en menor grado, polvo con valores superiores a ese límite puede estar fragilizado.



Ilustración 11. Resumen de datos de color de diferentes patrones

Como ya se mencionó, ante el eventual hecho de que un nuevo lote de polvo venga fragilizado, se plantea una metodología de validación del polvo, en donde se evalúan aspectos como: Color del polvo, Evaluación metalográfica, contenido de oxígeno y una fabricación de piezas para su validación, tal como se observa a continuación.



Tomar 25 Kg del lote nuevo y realizar una fabricación de control la cual consta de: Tres piezas prismáticas huecas ciegas por un extremo, dos líneas de probetas de control de oxígeno y tres pletinas de fragilización.





Este procedimiento se adopto como medida de control cada vez que se vaya a emplear un nuevo lote de polvo. En cuanto a los resultados que debe tener el polvo para ser aceptado, se define que en cuanto al color el rojo (R) debe ser superior a 180 y la suma del RGB debe ser mayor a 370. Microscópicamente no debe poseer granos recrecidos o ennegrecidos y el contenido de oxígeno del polvo debe ser inferior a 240 PPM y de los testigos fabricados inferior a 140 PPM, finalmente las pletinas de fragilización deben soportar al menos 5 ciclos de inversión completa (10 flexiones)

Adicionalmente, ante los incidentes experimentados, se procedió a realizar una revisión bibliográfica para recopilar información referente a la viabilidad de realizar algún ensayo que permita determinar el grado de fragilización del polvo o de los elementos fabricados. Se estudió la influencia de la temperatura [3, 4], la humedad [5], la influencia del proceso de PBF EB/M [6] entre otros. Por ejemplo, Hryha et al [6] explican el grado de deterioro de la capa superficial de oxido tras 4 reúsos en PBF EB/M, poniendo en evidencia que a pesar del alto vacío que hay durante el proceso de fabricación, existe un deterioro en la superficie del polvo creando una capa de óxido en este.

En otro orden, Aromaa et al [3] cuantifican el incremento de masa en el polvo de cobre expuesto al aire a diferentes temperaturas, figura 12, en la que se evidencia como el incremento de temperatura influye sustancialmente en el grado de oxidación del polvo de cobre, donde a mayor temperatura, mayor el nivel de oxidación.

Se advierte que a temperaturas inferiores a 70 °C el incremento de oxido se sucede en los primeros instantes y luego con un crecimiento casi nulo a lo largo del tiempo. Por esta razón viendo la figura 12, en donde en los primeros instantes la ganancia de peso (oxido) es de alrededor de 7 μ g/cm² a 100 °C baja a 5 μ g/cm² a 80 °C y a cerca de 3,5 μ g/cm² a 60 °C, por otro lado, Addison et al [4] determinan como espesor límite de capa de óxido en el cobre a temperatura ambiente unas 5 μ m, por ello, se ha seleccionado que no se debe manipular el polvo a temperaturas superiores a 30 °C. Siguiendo esta regla entre otras, es que se ha logrado reutilizar el polvo más de 60 veces sin signos visibles de fragilización.



INFORME PROYECTOS —



Con la finalidad de correlacionar algún factor que pueda influenciar en la oxidaciónfragilización del polvo de cobre se estudió si existe alguna influencia de la temperatura de fabricación en el grado de oxidación del polvo. Tras una serie de análisis sobre más de 30 fabricaciones ver figura 13, solo se determinó que el polvo nuevo tiene una tendencia a tener una fabricación con una temperatura ligeramente superior. Se intuye que se debe a que el polvo nuevo puede poseer una pequeña fracción de partículas pequeñas que favorecen la sinterabilidad del polvo y por lo mismo una mejor transmisión de calor, reflejando una mayor temperatura en la zona de medición. Esa pequeña fracción de partículas pequeñas, son eliminadas al pasar el polvo por el sistema de recuperación de polvo (PRS), de ahí que en la siguiente fabricación la temperatura disminuya. Por otro lado, tampoco se ha visto relación alguna con la temperatura de fabricación y la variabilidad de contenido de oxígeno.







Ilustración 13. Temperatura del proceso de diferentes fabricaciones

En la figura 14, se resume el control que se ha efectuado sobre el contenido de oxígeno en el polvo, un aspecto digno de mencionar es como de una fabricación a otra 120 y 121

El contenido de oxígeno varía de 541 PPM, la mayor registrada, a 219 PPM, sin embargo, las piezas fabricadas con ese polvo apenas tienen 81 PPM (figura 14) y sin presentar signo alguno de fragilización. Por otro lado, las piezas correspondientes a la fabricación 118, en la que el polvo presenta 187 PPM y las piezas fabricadas 211 PPM, lo más alto registrado hasta el momento, también sin muestras de fragilización.

Para llevar un control del nivel de oxígeno en las piezas fabricadas se diseñaron unas probetas esféricas de 5 mm de diámetro, colocadas en cada fabricación a la altura de 5, 10, 20 y 50 mm desde la base de la fabricación, así se puede llevar un control del nivel de oxidación de los elementos fabricados. Se ha incluido el control en función de la altura, que tal como lo indica Derimow et al [7] existe un mayor grado de oxidación en las zonas más bajas de fabricación en el caso del titanio. En este sentido, tras los diferentes ensayos, tomando en consideración las diferentes alturas de las probetas de control de oxígeno, no se han encontrado evidencias de este fenómeno, quizá por el grado de reactividad del cobre que es diferente al del titanio, o porque en el caso del cobre la temperatura del proceso es sensiblemente menor.







Ilustración 14.Contenido de oxígeno en el polvo antes de la fabricación



Ilustración 15.Contenido de oxígeno en las piezas fabricadas

Tal como se observa en las gráficas correspondientes a las figuras 14 y 15, el nivel de oxígeno es relativamente aleatorio, no obstante, de manera general mientras esté por debajo de 350 PPM en el caso del polvo y de 200 PPM en el caso de las piezas másicas se puede decir que el proceso está controlado.

La variabilidad del nivel de oxigeno en las diferentes fabricaciones podrían estar asociada al nivel de humedad que haya adquirido el polvo durante el procesado tras la fabricación.



Por este motivo, ante la incertidumbre del nivel de oxígeno se decide buscar una alternativa de evaluación del grado de fragilización. Ya en el 2019 se planteó una metodología de ensayo, el cual consistía en el doblado de una pletina de 2 mm de espesor por 5 de ancho y 40 de largo a lo largo de 180 ° repetidas veces hasta su rotura, si la pletina soportaba más de 6 ciclos se consideraba que la fabricación era tenaz. Sin embargo, ese procedimiento en la BF 095 dio un falso positivo, de ahí nace la idea de presentar este proyecto y poder evaluar el grado de fragilización en PBF EB/M.

Después de varios análisis y estudios del contenido de oxígeno tanto en polvo como en másico con valores de incertidumbre que no ofrecen una garantía. Se plantea realizar una búsqueda bibliográfica de estudios de fragilización y o sensibilidad a la fractura de cobre procesado por PBF EB/M. Después de una exhaustiva búsqueda de información para la fabricación y reúso de polvo de cobre en la fabricación aditiva PBF EB/M se evalúa la norma ASTM B577.

Tras analizar la norma ASTM B577 "Standard Test Methods for Detection of Cuprous Oxide (Hydrogen Embrittlement Susceptibility) in Copper", se decide tomar como base dicha norma para realizar los ensayos de fragilización, con la salvedad de:

Se empleará un testigo tubular hueco ciego con un espesor de pared de 1 mm
 - 0.3 mm y con una abertura por el otro extremo, figura 16, en vez de un perfil tubular.



Ilustración 16. Probeta para ensayo de fragilización

- 2. Antes del tratamiento térmico se ensayará por fugas con aire a una presión de 6 Bar.
- 3. En vez de un tratamiento térmico en atmosfera reductora por 20 ~ 40 min. Se calentará con un soplete (butano con llama reductora) por un período de un minuto a más de 750 °C y se enfriará bruscamente por inmersión en agua.
- 4. Se ensaya nuevamente por fugas.
- 5. Un nuevo ciclo de calentamiento y permanencia como en el punto 3.
- 6. Se ensaya nuevamente por fugas.
- 7. Un nuevo ciclo de calentamiento como en el punto 3.
- 8. Nuevamente se descarta que haya fugas como en el punto 4.
- 9. Se realiza un aplanado hasta obtener el doble del espesor apoyándose sobre dos aristas opuestas, figura 17







Ilustración 17. Probeta aplanada

- 10. Se realiza nuevamente un ensayo de estanqueidad con aire a 6 Bar.
- 11. Plegado en forma de U a la probeta aplanada, figura 18



Ilustración 18. Probeta plegada

12. Ensayo de estanqueidad de la probeta plegada.

La norma indica que no bebe aparecer grietas en la zona de máxima deformación de la pieza plegada, en el caso de esta modificación de la norma, adicionalmente se requiere que no presente fugas. Con esta metodología se puede determinar si el material fabricado se encuentra fragilizado, asegurando que las piezas fabricadas cumplan su función.

Desarrollo de una mejora de la metodología para el control de calidad del polvo nuevo. Como se mencionó en apartados anteriores, se había realizado una metodología para la validación de un nuevo lote, a esa metodología se le ha añadido un control adicional con el ensayo de fragilización, tal como se muestra en la figura 24.





			Polvo lote 👧			
			Fecha recepción:	/	/	
	VALIDACIÓN Pas	o 1	Lote de fabricación:			
Tomar dos muestras (viales de 100 Kg. 3) de 3 botes, si el lote es de 2	200 Kg, o de	2 botes si el lote es mei	nor		
Tomar la lectura de color	listo					
inspección metalográfica de	el polvo.					
Bordes definidos 🖉 🛛 Bor	des recrecidos	Bordes Negr	os 🐰			

Fecha / /

Evaluación del contenido de O2 entregar vial a Cecilia ${\ensuremath{\overbrace{}^{m}}}$ Fecha $\ /\ /$

Anotar resultado de O2 Polvo

VALIDACIÓN Paso 2

Tomar 25 Kg y realizar una fabricación de la bandeja de validación (tres cañones largos, tres pletinas y bolitas O2.

Ensayo de flexión					
	As Build	+TT	+TT+TT		
Pletina 1					
Pletina 2					
Pletina 3					

Ensayo de fugas

	As Build	TT	TT+TT	TT+TT+TT+Aplanado*	+TT+TT+Plegado**
Cañón 1					
Cañón 2					
Cañón 3					
~					

* Deformación consiste en deformar plásticamente el cañón, hasta obtener dos veces el espesor con la ayuda del tornillo de banco aplicado sobre los vértices del rombo. ** plegar en U el tramo aplanado hasta su menor espesor

Ensayo de plegado

VALIDACIÓN Paso 3

abricación 1				
	As Build	+TT	+TT+TT	+TT+TT+Deformación
Cañón 1				
Cañon 2				
Cañon 3				
Bobina			200000	

Fabricación 3

	As Build	+TT	+TT+TT	+TT+TT+Deformación
Cañón 1				
Cañon 2				
Cañon 3				
Bobina				
bobilia	30000	39800	33333	20000

Realizar una fabricación normal, adicionándole la bandeja de validación y una bobina

Polvo validado por: Fecha: / /

Polvo lote N°	
Lote de fabricación Nº	

Ilustración 19. Plantilla del procedimiento de validación del polvo nuevo.





2.2 Evolución de las prestaciones mecánicas del polvo de poliamida cuando es procesada con la tecnología de fusión de lecho de polvo mediante luz infrarroja (PBF-IrL/P).

Introducción a la problemática: La tecnología PBF-IrL/P es un proceso de trabaja con polvo de poliamida fino (unas 80µm) para producir piezas capa a capa. Es un proceso térmico que implica un calentamiento continuo de la cámara de trabajo y del lecho de polvo. Todo esto hace que tras cada fabricación, el material que no se ha transformado en pieza se degrade de forma gradual tras cada fabricación.

La degradación del material es una cuestión térmica que está directamente relacionada con:

- La cantidad de piezas que se fabrican en una cuba de producción, o lo que normalmente denominamos como % de densificación de una bandeja de producción.
- La altura de la fabricación. Siendo 380mm un 100% de altura (altura completa).

Por todo ello, después de cada fabricación es necesario mezclar el polvo reutilizado con polvo fresco para limitar el nivel de degradación del material. Los ratios de refresco del material sugeridos por el fabricante son: 22% fresco 78% reutilizado, siempre y cuando el nivel de densificación de la bandeja no supere el 8%. Sin embargo, si se trabaja a niveles de densificación de entre 10-12% este valor será 28% fresco 72% reutilizado.

El criterio de refresco es complejo, dado que es muy dependiente de la cantidad de piezas que fabriquemos, y también de su propia geometría, dado que hay piezas que tienden a almacenar el calor aportado durante la fabricación más que otras.

Con el objetivo de establecer un control de proceso cuantitativo que nos permita medir el estado de salud de la materia prima, se ha identificado un equipo, que a través de la medición del color (nivel de amarillez) del material, aparentemente permite medir el estado de la materia prima y su nivel de degradación.

En el proyecto GAMMA se ha determinado una metodología para controlar el estado del material (nivel de amarillez) y vincularlo a las propiedades mecánicas medidas en probetas de tracción, con el objetivo de establecer un control de proceso preventivo, que nos permita evaluar el estado de la materia prima antes de fabricar.

Tal como se muestra en la ilustración siguiente, se trata de un equipo de laboratorio (color reader) que con una pequeña cantidad de polvo, determina una serie de valores de color, algunos de ellos directamente vinculados con el nivel de amarillez.







Ilustración 20 Colorímetro para medir el estado del material.

Tras consulta con HP, se establecen tres rangos de medición de *b que indicarán el estado del material:

b* < 6: El polvo está en condiciones óptimas.
6 < b* < 10: El polvo está ligeramente degradado. Propiedades mecánicas pueden verse afectadas pero calidad superficial buena.
b* > 10: El polvo está degradado

Mantener el polvo en condiciones óptimas supone incrementar los ratios de refresco, por tanto establecemos el criterio de mantener el nivel de amarillez del material siempre por debajo de 10.

Procedimiento establecido:

Previo a cada bandeja de fabricación, y después de haber realizado la mezcla de %fresco %reutilizado una vez cargado el material en la build unit, se saca mediante un cazo una muestra de material (unos 30 gramos).

El material se coloca en una tapa diseñada específicamente para este propósito, y se toma la medida de *b, dato que indica el nivel de amarillez.



Ilustración 21 prueba de medición realizada con el colorímetro.





14:50 🌩	6 🛞 🖷		回业*	fiil 🛑
Regresar	Datos d	le Mediciór	n de Color	
Medic 22/01/2	ión del 024	ColorF	Reader	
Sugeren colo	cias de Gu res Gu	6 Jardando Leo	ctura Mode	∕∩ o cc
Hex	#F0EEE	в	LRV	85
a b	} ∟ Ilamadas y	94.08 7 las notific	R 240	с 0 1 2 к 6
Colecciones de colores	S Histórico	Medir	B Paletas	Ajustes

Ilustración 22 Medición de color tomada con el colorímetro

A continuación se muestran los resultados de *b medidos en 93 bandejas de fabricación obtenidas durante el proyecto GAMMA. Cada una de las mediciones recogidas en la tabla es el resultado de la media de 3 medidas. Las 93 bandejas se engloban en un período de tiempo de unos 7 meses.



Tabla 1 valores de *b (amarillez) del material a lo largo de 93 bandejas de fabricación.



Tal como se muestra en la tabla anterior, el nivel de amarillez se ha mantenido en todo momento, **por debajo del nivel crítico (10).** Para ello se ha mantenido un porcentaje de refresco entre un 20% y un 25%, tal como se muestra en la tabla siguiente.



Por otro lado, también se ha registrado el % de densificación, dado que este factor está altamente relacionado con el % de refresco de cada bandeja de producción.



Además, se ha establecido producir probetas de tracción semanales para realizar el control mecánico y poder correlacionar la medición de color, con los resultados mecánicos a tracción.

Se sigue la normativa UNE EN ISO 527-2, bajo la cual se dimensionan las probetas de tracción de materiales poliméricos. (ver imagen a continuación).





			Medidas en milimetros		
	Tipo de probetas	1A	1B		
I_3	Longitud total ^a	170	≥ 150		
l_1	Longitud de la parte estrecha de caras paralelas	80 ± 2	$60,0 \pm 0,5$		
r	radio	24 ± 1	$60 \pm 0,5$		
l_2	Distancia entre las partes anchas de caras paralelas ^b	$109,3 \pm 3,2$	$108 \pm 1,6$		
b_2	b_2 Anchura en los extremos $20,0 \pm 0,2$				
b_1	Anchura de la parte estrecha	$10,0 \pm 0,2$			
h	Espesor recomendado	$4,0 \pm 0,2$			
L_0	Longitud de referencia (recomendada) Longitud de referencia (aceptable si se requiere para el control de calidad o cuando se especifique)	$75,0 \pm 0,5$ $50,0 \pm 0,5$	$50,0 \pm 0,5$		
L	L Distancia inicial entre las mordazas 115 ± 1 115 ± 1				
^a La long necesar ensayo ^b $l_2 = l_1 -$	¹ La longitud total recomendada de 170 mm para el tipo 1A concuerda con las Normas ISO 294-1 e ISO 10724-1. Para algunos materiales, puede ser necesario alargar la longitud de los extremos (por ejemplo l _i = 200 mm) para evitar la rotura o el deslizamiento en las mordazas de la máquina de ensayo. ^b L ₂ l ₁ + [4r(b ₂ -b ₁)-(b ₂ -b ₁) ²] ^{1/2} , que resulta de l ₁ , r, b ₁ y b ₂ , pero dentro de las tolerancias indicadas.				

Tal como se muestra en la imagen siguiente, se ha establecido fabricar 5 probetas, siempre en la posición orientada en el eje Z.



Ilustración 23 Probetas de tracción fabricadas en tecnología HP MJF

El resultado obtenido de la tracción indica un mantenimiento de las propiedades mecánicas en todo momento, con un valor de *b siempre por debajo de 8. Por tanto se concluye que valores de *b por debajo de 8 nos permite tener el proceso controlado y el material en condiciones de trabajo óptimas.

Tomando como referencia los valores establecidos por HP en la hoja técnica, observamos una ligera pérdida de prestaciones mecánicas (aproximadamente un 20%



de media), esto puede deberse a que el material se encuentra por encima de un valor *b superior a 6. Sin embargo, tal como se ha indicado al inicio de esta tarea, mantener valores de *b inferiores a 6 o cercanos a 4 que es donde se supone que el material está a pleno rendimiento, requiere utilizar ratios de refresco que hacen que el coste de producción se eleve.

FABRICACION	LIMITE ELASTICO	% DEFORMACION A ROTURA	CARGA MÁXIMA	*b
HP PA12	1800 Mpa	15%	48 Mpa	
1011	1039,73	6,37	33,7	8,05
1013	1167,11	6,36	36,96	6,76
1017	1047,82	7,72	39,41	7,74
1019	923,62	6,74	37,2	6,65
1021	1242,61	6,39	36,53	6,65
1023	1127,01	8,86	41,57	7,18
1027	972,205	7,08	35,83	6,80
1031	1295,48	8,52	42,02	7,80
1032	1067,16	6,01	36,06	6,87
1033	1294,94	6,57	41,12	7,00
1034	1197,64	7,49	40,20	7,41

Por tanto damos por bueno el control de materia prima establecido.

Conclusiones:

Se ha establecido una metodología de control de la materia prima, de tal forma que antes de cada fabricación se extrae una muestra de polvo que se analiza a través de medición del color, de esta forma independientemente del número de piezas, su geometría, la altura de fabricación y el nivel de densificación que se utilice en cada lote de producción, se pueden integrar acciones correctivas (aumentar el % de refresco) para combatir un envejecimiento prematuro del material.



Tabla 3 Excel de control de la materia prima PBF-IrL/P





2.3 Estudio de estrategias de deposición de energía tecnología (DED-LB/M) de aleaciones metálicas.

Las estrategias de deposición en tecnología DED-LB/M son clave para minimizar defectos en pieza y fallos de fabricación. En la tecnología DED-LB/M podemos generar zonas huecas (porosidad atrapada) si las estrategias de deposición no son correctas. Por ello en el proyecto GAMMA se ha estudiando la influencia de la estrategia de deposición en los resultados obtenidos en pieza construida.

Con el objetivo de analizar la influencia de las estrategias de deposición en la pieza, se han definido artefactos que nos han permitido determinar en qué medida la representación que se hace de los tracks de deposición en el software de capeado (horizon) se ve reflejado en la pieza final.

Se han planteado 3 cubos de dimensión 30x30x30, con espesores de pared variable, de 1,5mm, 2,0mm y 3,0mm, tal como se muestra en la imagen siguiente.



Ilustración 24 artefactos diseñados en el proyecto GAMMA

En este tipo de geometrías con pared fina, no se recomienda utilizar estrategias de deposición tipo snake o zigzag, dado que se generan vectores muy cortos (ver imagen siguiente), que hacen que la temperatura de trabajo se eleve en exceso, conduciendo a superficies irregulares que modifican la distancia de deposición y por tanto generando errores de producción.





Ilustración 25 estrategia de deposición tipo snake o zigzag

Por ello en este tipo de piezas conviene utilizar estrategia tipo contorno. La problemática que se encuentra es que, dependiendo del espesor de pared a producir, el número de contornos que se pueden depositar es mayor o menor, originando lo que parecen GAPS entre paredes, tal como se muestra en la imagen siguiente.



Ilustración 26 Estrategia de deposición tipo contornos

Viendo las tres piezas en planta, se observa que las tres piezas presentan dos contornos, sin embargo, estos están más juntos en la pieza de espesor 1,5mm y se distancian más en la pieza de 3,0mm.



Ilustración 27 muestras de diferentes espesores de pared simuladas en el software horizon





El estudio se ha llevado a cabo con material acero inoxidable 316L en formato filamento y los parámetros establecidos por el fabricante (MELTIO).



Ilustración 28 pruebas producidas en tecnología DED-LB/M de paredes con diferentes espesores.

Para poder analizar el resultado obtenido, se han realizado cortes en sección sobe las diferentes probetas fabricadas, con el fin de evaluar el grado de densificación y la posible aparición de brechas o resquicios a lo largo de las fabricaciones, especialmente en la separación entre tracks.

En la imagen siguiente se presenta un corte representativo de las diferentes estrategias analizadas.

Tal como se observa en los diferentes cortes, se puede apreciar de manera general una densificación muy cercana al 100%,

Resultados:

Muestra de espesor 1,5mm:



Ilustración 29 estrategia de deposición de contornos en una pieza de 1,5mm de espesor.





INFORME PROYECTOS —

Muestra de espesor 2,0mm:



Ilustración 30 estrategia de deposición de contornos en una pieza de 2,0mm de espesor.

Muestra de espesor 3,0mm:



Ilustración 31 estrategia de deposición de contornos en una pieza de 3,0mm de espesor.





Como se puede apreciar en las micrografías mostradas anteriormente las tres muestras presentan alta densificación, no observándose porosidad que se intuya de una mal distanciamiento entre los tracks.



Ilustración 32 muestras de 1,5mm // 2,0mm y 3,0mm en corte en sección.

Por otro lado, tras realizar mediciones por microscopía, se determinan los siguientes espesores de pared:

Medida solicitada (CAD)	Observado en microscopía
1500 μm (1,5mm)	2818 μm
2000 μm (2 <i>,</i> 0 mm)	3329 μm
3000 μm (3,0mm)	3429 μm

Por lo que concluimos que los tracks se aproximan o alejan en función de la geometría que damos al software, pero que el parámetro de extrusión también se altera para asegurar una buena cobertura entre tracks.

Concluimos también que espesores de pared inferiores a 3mm son complicados de alcanzar, dado que la estrategia mínima que se puede llevar a cabo con una deposición por contornos siempre tendrá al menos dos pasadas (contorno de ida y contorno de vuelta), lo que hace que paredes por debajo de los 3mm salgan recrecidas.





Resultados obtenidos 3

Del desarrollo del presente proyecto se pueden resumir los siguientes resultados:

- En cuanto al conocimiento sobre el envejecimiento de los materiales utilizados en las tecnologías de lecho de polvo, referente a:
 - Fragilización de polvo de cobre al ser sometido a ciclos de reutilización con tecnologías de fusión de lecho de polvo, tanto láser como haz de electrones. (PBF-LB/M y PBF-EB/M)

Se ha determinado que el contenido de oxígeno por sí solo no es un indicador del grado de fragilización que posee el material, pues como se ha visto, niveles de oxígeno relativamente altos entre 200 y 250 PPM no necesariamente se encuentran fragilizados.

Se ha desarrollado un mecanismo de control y análisis del material al momento de introducir un nuevo lote, como el que se expuso en la figura 19. Que evalúa la microestructura, el color y la posible fragilización.

También se ha determinado que el polvo nuevo tiene una tendencia a transmitir mejor el calor, aumentando en 5 ~10 °C la temperatura respecto de las subsiguientes fabricaciones, pero una vez que pasa por el PRS ese efecto desaparece.

> Evolución de las prestaciones mecánicas del polvo de poliamida cuando es procesada con la tecnología de fusión de lecho de polvo mediante luz infrarroja (PBF-IrL/P).

Se ha determinado y establecido de forma periódica tras cada fabricación un método de control de la materia prima a través de la medición del color del material previo a la fabricación, de tal forma que se han establecido unos criterios de refresco que permiten prevenir que el material sufra una degradación prematura.

Se han correlacionado mediciones del color *b con prestaciones mecánicas a tracción, lo que nos permite prever el comportamiento mecánico del material con solo medir su color, en solo unos minutos.

Estudio de estrategias de deposición de energía tecnología (DED-LB/M) de aleaciones metálicas.

El estudio se ha centrado en analizar la correlación de la visualización del software de capeado (horizon) en estrategias de deposición por contornos, pudiendo concluir que, a pesar de que el software muestre zonas donde no hay cobertura de filamento por la separación entre tracks, finalmente obtenemos piezas con alta densificación, dado que otros valores como la extrusión se reajustarán para cubrirlo.

Concluimos que la tecnología tiene una limitación geométrica de paredes de espesor mínimo 3mm. Espesores por debajo de este valor salen recrecidos.



Resumen y conclusiones 4

Durante el desarrollo de este proyecto en lo referente al estudio del fenómeno de fragilización del cobre se ha llegado a las siguientes conclusiones:

- Que no se evidenció una correlación entre la temperatura de fabricación y el contenido de oxigeno en las piezas fabricadas.
- Finalmente, en cuanto a la evolución del nivel de oxígeno tanto en polvo como tras la fabricación, se concluye que se debe hacer un estudio más exhaustivo y pormenorizado para ver las posibles causas de esos saltos tan bruscos en los valores como se observa en la figura 15 en las fabricaciones 118, 133, 158.
- Se ha logrado tener un control sobre el contenido de oxígeno manteniendo el nivel del este por debajo de las 220 PPM.
- Se ha desarrollado una metodología para determinar la posible presencia de la fragilidad en las piezas fabricadas, asegurando así un control de calidad sobre las piezas fabricadas.

En relación a la evolución de las prestaciones mecánicas del polvo de poliamida cuando es procesada con la tecnología de fusión de lecho de polvo mediante luz infrarroja (PBF-IrL/P).

- Se ha establecido un procedimiento de control de la materia prima que nos permite predecir el estado de salud o nivel de degradación del material antes de cada fabricación.
- El procedimiento de medición de la degradación nos permite ajustar los porcentajes de refresco, pudiendo hacer un uso más optimo de la materia prima.
- Se han correlacionado valores de amarillez del material con propiedades mecánicas.

En relación al estudio de estrategias de deposición en tecnología de energía directa (DED-LB/M).

- Se han correlacionado las estrategias de deposición originadas en el software horizon con resultados obtenidos en pieza producida en tecnología DED-LB/M.
- Se ha determinado el espesor de pared mínimo admitido por la tecnología (3mm) de cara a abordar pieza real.



5 Anexos y bibliografía

1-T. G. Nieh and W. D. Nix, "Embrittlement of Copper Due to Segregation of Oxygen to Grain Boundaries", Metallurgical Transactions A, Volume 12 A, May 1981 893-901

2-H. Gruber, C. Luchian, E. Hryha, and L. Nyborg. "Effect of Powder Recycling on Defect Formation in Electron Beam Melted Alloy 718", Metallurgical And Materials Transactions A, Volume 51, pages 2430–2443, (2020)

3-Aromaa, J.; Kekkonen, M.; Mousapour, M.; Jokilaakso, A.; Lundström, M. The Oxidation of Copper in Air at Temperatures up to 100 °C. Corros. Mater. Degrad. 2, 625-640. (2021)

4-Aromaa J, Kekkonen M, Mousapour M, Jokilaakso A, Lundström M. The Oxidation of Copper in Air at Temperatures up to 100 °C. Corrosion and Materials Degradation. 2(4):625-640. (2021)

5-M. Yamaguchi, K. Kushima, Y. Ono, T. Sugai, T. Oyama, T. Furumoto, "Humidity control in laser powder bed fusion using titanium alloy powder for quality assurance of built parts and reusability of metal powder", Journal of Materials Processing Technology, Volume 311, (2023)

6-Hryha, E., Shvab, R., Gruber, H., Leicht, A., & Nyborg, L. Surface Oxide State on Metal Powder and its Changes during Additive Manufacturing: an Overview. Metallurgia Italiana, 34-39. (2018).

7- N. Derimow, A. Romero, A. Rubio, C. Terrazas, F. Medina, R. Wicker, N. Hrabe, "Sintered powder oxidation variation as a function of build height for titanium alloy produced by electron beam powder-bed fusion," Additive Manufacturing Letters, vol. 1, (2021)







Domicilio fiscal — C/ Benjamín Franklin 13. (Parque Tecnológico) 46980 Paterna. Valencia (España) Tlf. 961 366 070 | Fax 961 366 185

Domicilio social — Leonardo Da Vinci, 38 (Parque Tecnológico) 46980 Paterna. Valencia (España) Tlf. 961 318 559 - Fax 960 915 446

> aidimme@aidimme.es www.aidimme.es